



J. Švec*, M. Sluková, P. Škrivan

Technologický parametr Číslo poklesu a jeho možné instrumentální alternativy

Úvod

Číslo poklesu (**ČP**) je v mlynářsko-pekařském oboru důležitým tradičním ukazatelem jakosti pšeničných a žitných mouk, vypovídající o aktivitě α -amyláz a stupni poškození škrobu. Představuje provozní metodu, kdy za referenční je považován amylografický nebo viskografický test (rotační viskozimetry). Číslo poklesu odpovídá době průchodu měřicího tělíska zmazovatelou suspenzí mouky – používaný tělískový viskozimetr se nazývá Falling Number. Na modernějším přístroji Amylab FN (Chopin, FRA) byl zachován princip měření, skleněné zkumavky nahrazeny hliníkovými s odnímatelným dnem a vroucí vodní lázeň indukčním ohřevem a IČ senzory. Kromě klasického provedení ve smyslu propadu sondy škrobovým mazem je zde možnost měření za konstantní dobu 90 s (měření tzv. **testogramu** v režimu *Rapid Force Analysis*). Do praxe se tento přístroj však zatím příliš nerozšířil – z dostupných zdrojů lze uvést pouze práce Calle et al. (2021), resp. Garzon a Rosell (2021) nebo Gaspere et al. (2022). V první byly testovány gely z mouk z hlíz *Xanthosoma sagittifolium* a *Colocasia esculenta*, ve druhé využilo tohoto 90s testu pro určení stupně zmazovatění škrobů z kukuřice, rýže, pšenice a brambor. Třetí práce byla zaměřena prakticky, na zmapování využití testogramů pro popis vlivu přísadků amylas, hydrokoloidů a emulgátorů na mazovatění pšeničného škrobu. Další alternativou je počítačem řízený rotační viskozimetr Rapid Visco Analyser, který umožňuje odhadnout amylytickou aktivitu třemi metodami. Znak **ČP** má odpovídat profil **Stirring Number**, kdy 180s záznam koresponduje s průběhem z přístroje Amylab FN. RVA viskozitní zkouška **Flour Water Profile** je nastavena ve shodě s uvedenou referenční zkouškou za třetinový čas. Třetí test **Flour Ethanol Profile** umožňuje současně odhadnout kvalitu bílkovin. Cílem práce bylo pro dvě trojice odrůd ozimých pšenic a špaldy orientačně porovnat jak **ČP**, tak výsledky **Stirring Number** i obou uvedených RVA viskozitních testů **FWP** a **FEP**. Statistické porovnání zahrnuje lineární korelační analýzu, 2w-ANOVA (P = 95%) a hierarchické shlukování dvěma odlišně pracujícími algoritmy *Furthest* (*Nejvzdálenější soused*) a podle *Warda* (Polcer, 2015).

Materiál

- Pšenice setá, ozimé odrůdy (ProBio Šumperk, sklizeň 2021)**
 - Wiwa, Prim, Penelope

- Pšenice špalda (ProBio Šumperk, sklizeň 2021)**
 - Serpentin, Rokoz, Orkus

Semletí zrna provedeno na laboratorním mlýně CD1 Auto (Chopin, FRA) v Cereální hale VŠCHT Praha bez předchozí hydrotermické úpravy. Získané mouky granulací a obsahem popela odpovídaly pšeničné mouce hladké světlé. Po semletí byly ponechány odležet 1 týden ve skleněných zábrusových prachovnicích v temném skladu (teplota 19-22 °C, relativní vlhkost 50-55 %), během kterého byly dvakrát promíchány na laboratorní míchače BS-P06 (Mezos, Hradec Králové) po dobu 1 h při 100 ot/min.

Metody

- Číslo poklesu (ČP)**
 - vlhkost mouk stanovena gravimetricky **ČSN ISO 712**: 1 h při 130 °C; sušárna Venticell 55 (BMT, Brno)
 - vlastní měření **ČSN ISO 5529**: 7,00 g mouky (14% vlhkost), 25,00 g vody; viskozimetr Falling Number 1400 (Perten, SWE)

- Viskozitní zkoušky na Rapid Visco Analyser 4500**
 - Stirring Number **RVA Method 02.04**: 3,50 g mouky, 25,00 g vody; 3 min při 95 °C; *Obr. 1a*)
 - Flour Water Profile **ICC Method 162**: 3,50 g mouky, 25,00 g vody; 16 min při 50-95-50 °C; *Obr. 1b*)
 - Flour Ethanol Profile **RVA Method 24.02**: 3,00 g mouky, 3,50 g EtOH; 20,00 g vody; 30 min při 50-85-20 °C (*Obr. 1c*)

Viskozitní profily ovládány a automaticky vyhodnocovány sw Termocline pro Windows (TCW3; Newport Scientific, AUS).

- Statistické hodnocení dat sw Statistica 13.0 (TIBCO software, USA)**
 - dvoufaktorová ANOVA **F1**: Druh pšenice, **F2**: Odrůda; P = 95,0 %
 - korelační analýza **P** = 95,0 – 99,99999 % a hierarchické shlukování *Furthest* – nejvzdálenějšího souseda *Wardův* – minimálního rozpětly *Polcer, 2015*

Výsledky a diskuse

A. Viskozitní měření

- Číslo poklesu (ČP, Tab. 1)**
 - rozmezí stanovených hodnot 279 - 439 s, statisticky nižší pro odrůdy špaldy; rozlišení vzorků ze 63% *přesnost měření ± 10,0 %*
- Stirring Number (SN, Tab. 1)**
 - rozmezí stanovených hodnot 98 – 2004 mPa.s, významné odlišení špalď;
 - rozlišení vzorků z 83 % *interní opakovatelnost metody ± 5,5 %* (Horáková, 2020)
 - v porovnání doplňkových parametrů **SN-Peak1 Time** a **SN-Peak1 Visc** průkaznější rozlišení 6 vzorků logicky podle času výskytu maxima viskozity (variac **a-e** proti **a-c**)
- Flour Water Profile (FWP, Tab. 2)**
 - pomocí **FWP-Peak1 Visc** rozlišení vzorků z 83 %, ale podle **FWP-Final1 Visc** úplně
- Flour Ethanol Profile (FEP, Tab. 3)**
 - patrně vlivem přísadku ethanolu a nižší teplotě 85 °C rozlišení vzorků podle **Peak1 Visc** pouze z 50 %, významněji (úplně) podle **FEP-Peak2 Visc** (= **FWP-Final1 Visc**)

B. Statistické hodnocení

- Korelační analýza (Tab. 4)**
 - (parametry RVA zkoušek rozříděny na charakteristické body viskozitních křivek, odpovídající časy a teploty)
 - **SN**: a) korelace znaku **Hold1 Visc** s **ČP** těsnější než pro **Peak1 Visc** – odraz činnosti amylytických enzymů (průkaznost obou korelací s P = 99,99999 %)
 - b) potvrzení výzkumu kolektivu Kiszonas et al. (2017): korelace **ČP** x **SN** $r = 0,70$ (P = 99,9 %) pro 55 vzorků pšenice Soft White Wheat
 - c) možnost predikce diastatické mohutnosti čirokového sladu – korelace **ČP** x **SN** $r = 0,958$ průkazná s P = 99,99999 % (N = 16) *Rashke et al. (1995)*
 - **FWP**: a) korelace trojice viskozitních bodů **Peak**, **Hold**, **Final** s **ČP** významné s P = 99,99999 %, podobně pak pro **Pasting Temperature** a **Peak1 Time**;
 - b) šířka piku (**Stabilita Peak1 Visc**, tj. odolnost horkého mazu proti mechanické zátěži) má potencionálně technologický význam než pro predikci **ČP**
 - **FEP**: a) korelace s **ČP** nevýznamné převážně pro doplňkové (dopočítávané) znaky **Setback1**, **Breakdown1**, **Stabilita Peak1 Visc**
 - b) méně průkazné korelace znaků od **Peak2Visc** až do **Breakdown2** včetně odpovídají skutečnosti, že tato druhá část křivky v gradientu teplot 85 – 20 °C popisuje chování bílkovin *Švec et al., 2022* a pro předpověď **ČP** je nelze využít
- Shluková analýza (Obr. 2) – potvrzení korelací vícerozměrnou metodou**
 - **ČP-SN**, Obr. 2aa, 2ab: podle obou algoritmů shlukování více než 90% statistická podobnost mezi **ČP**, **Stirring Number**, **Peak1 Visc** a **Peak1 Time**, odlehlost znaku **Breakdown1**
 - **ČP-FWP**, Obr. 2ba, 2bb: shodné výsledky jako pro shlukování **ČP-SN**: 88% podobnost mezi **ČP-Peak1 Visc** / **Hold1 Visc** / **Final1 Visc**, hodnoty **Setback1** z 95% předurčeny **Peak1 Visc**
 - **ČP-FEP**, Obr. 2ca, 2cb: *Furthest* – méně kompaktní shluky, potvrzení vazby **Peak2 Visc** ($\approx$ **Final1 Visc**) na **Peak1 Visc**; nejvyšší shoda **ČP-Peak1 Time** (83 %) *Wardův* – shlukování více podle průběhu viskozitní křivky; souvislost chování polysacharidů a bílkovin (**Breakdown1-Final2 Visc**); podobnost **ČP-Hold1 Visc** z 92 %

Závěry

Podle pilotních výsledků, které potvrzují předchozí výzkumné práce, lze rotační viskozimetr *Rapid Visco Analyser* využít k predikci jakostního znaku číslo poklesu odrůd pšenice seté a pšenice špaldy, pěstované v České republice. Softwarové vybavení tohoto viskozimetru nabízí tři metody pro odhad aktivity α -amylas a popis průběhu mazovatění škrobu – **Stirring Number**, **Flour Water Profile** a **Flour Ethanol Profile**. Uvedené viskozitní profily se liší tím, že při druhém je díky přísadku ethanolu možno současně odhadnout kvalitu pšeničných bílkovin. Hlavními znaky z těchto zkoušek jsou **Stirring Number** jako konečná viskozita a hodnoty maxim viskozity při 95 °C, označované jako **PeakVisc**, respektive **Peak1 Visc**. Podle čísla poklesu bylo možno dvě trojice odrůd pšenice seté a špaldy statisticky odlišit z 67 % stejně jako podle RVA charakteristiky **Stirring Number**. Podle **PeakVisc** byla šestice vzorků rozdílná z 80 %, zatímco podle **Peak1 Visc** pouze z 50 %. Nezávisle na tom tyto tři charakteristiky korelovaly s číslem poklesu s průkazností min. 99,99 % ($r = 0,981$; 0,972 a 0,852). Jednotlivé RVA zkoušky však poskytují řadu dalších charakteristických viskozitních bodů, časů a teplot, korelovaných s číslem poklesu podobně těsnými vztahy, které by bylo možno využít pro zpřesnění predikce s případným zahrnutím základního chemického složení. Potenciál primárně RVA testů **Stirring Number** a **Flour Water Profile** je pro praxi vysoký, nicméně je nutno metody prověřit na rozsáhlejších souborech hladkých pšeničných a žitných mouk různého technologického využití – přinejmenším nejčastěji používaných hladkých světlých a hladkých chlebových, případně také hladkých celozrnných.

Citovaná literatura je dostupná na vyžádání.

Ústav sacharidů a cereálií
VŠCHT Praha
Technická 5
166 28 Praha 6
Ivan.Svec@vscht.cz

Tab. 1 Vliv druhu pšenice a odrůdy na ČP a znaky RVA zkoušky Stirring Number						
Druh pšenice, odrůda	ČP (s)	SN-Pe1Vi (mPa.s)	SN* (mPa.s)	SN-Bdn1 (mPa.s)	SN-Pe1Ti (min)	
pš. setá	Wiwa	396 ^d	2928 ^c	1759 ^d	1168 ^{ab}	1,76 ^d
	Prim	439 ^d	2957 ^c	2004 ^e	953 ^a	2,04 ^e
	Penelope	297 ^c	2568 ^b	1204 ^c	1364 ^{bc}	1,30 ^c
špalda	Serpentin	293 ^c	2530 ^b	1190 ^c	1340 ^{bc}	1,40 ^c
	Rokoz	206 ^b	1963 ^a	547 ^b	1416 ^c	0,83 ^b
	Orkus	115 ^a	1864 ^a	98 ^a	1766 ^d	0,38 ^a

^{a-e} odečteno z viskozitní křivky v konstantním čase 90 s jako FinalVis; ^{a-e} 2w-ANOVA (P = 95 %)

* - odečteno z viskozitní křivky v konstantním čase 90 s jako Final1 Visc; ** - 2w-ANOVA (P = 95 %)

Tab. 2 Vliv druhu pšenice a odrůdy na znaky RVA zkoušky <i>Flour Water Profile</i>										
Odrůda	Viskozitní body (mPa.s)					Teploty (°C)		Časy (min)		
	FWP - Pe1Vi	FWP - Ho1Vi*	FWP - Pe2Vi**	FWP - Bdn1	FWP - Sbk1	FWP - PaTe	FWP - Ho1Te	FWP - Pe1Ti	FWP - Stab Pe1Vi	FWP - Ho1Ti
Wiwa	2259 ^a	1424 ^a	2785 ^a	835	1361	87,30	81,93	6,11	0,57	8,31
Prim	2465 ^a	1666 ^a	3000 ^f	799	1334	88,30	80,88	6,29	0,55	8,40
Penelope	1753 ^c	757 ^b	1721 ^c	996	964	82,30	81,62	5,71	0,60	8,33
Serpentin	1797 ^c	838 ^b	1822 ^d	959	984	85,90	80,78	5,78	0,57	8,40
Rokoz	735 ^b	136 ^a	366 ^b	599	230	78,60	86,47	4,89	0,86	7,93
Orkus	430 ^a	30 ^a	53 ^a	400	23	71,10	87,32	3,64	0,94	7,87

* - odpovídá Sheringům, ** - 2nd-ANOVA (P = 95%)
Zkratky: Bdn - Breadness, F - Fall, Ho - Hold, Pe - Peak, Sbk - Setback, Stab - stabilita (žilka), Te - teplota, Ti - čas, Vi - viskóza

* - odpovídá Stirring Number; ** - 2w-ANOVA (P = 95 %)

Zkratky: Bdn - Breakdown, Fi - Final, Ho - Hold, Pe - Peak, Sbk - Setback, Stab - stabilita (šířka), Te - teplota, Ti - čas, Vi - viskozita

Tab. 3 Vliv druhu pšenice a odrůdy na znaky RVA zkoušky Flour Ethanol Profile												
Odrůda	Viskozitní body (mPa.s)						Teploty (°C)			Časy (min)		
	FEP - Pe1Vi	FEP - Ho1Vi*	FEP - Pe2Vi**	FEP - Fi2Vi	FEP - Bdn1	FEP - Sbk1	FEP - Bdn2	FEP - PaTe	FEP - Ho1Te	FEP - Pe2Te	FEP - Pe1Ti	FEP - Stab Pe1Vi
Wiwa	1913 ^{bc}	1462 ^{de}	2189 ^c	305 ^a	451	727	1884	79,10	35,83	27,87	8,35	0,86
Prim	1982 ^{bc}	1539 ^a	2317 ^{cd}	350 ^{abc}	444	779	1968	79,97	64,07	27,27	8,44	0,95
Penelope	2064 ^c	1426 ^{cd}	2387 ^d	444 ^d	638	961	1943	77,60	70,07	27,60	8,15	0,67
Serpentin	1861 ^b	1341 ^c	2293 ^{cd}	328 ^{ab}	520	952	1965	79,55	67,55	27,55	8,11	0,89
Rokoz	1420 ^a	1050 ^b	1719 ^b	358 ^{bc}	371	669	1361	79,83	37,07	38,90	8,07	0,99
Orkus	1298 ^a	765 ^a	1463 ^a	382 ^c	534	699	1081	74,52	69,95	35,37	7,62	0,98

* , ** - odpovídá String Number, resp. Final1Visc; ^{a-c-e} - 2w-ANOVA (P = 95 %)

2)znaky: Bdn - Breakdown, Fi - Final, Ho - Hold, Pe - Peak, Sbk - Setback, Stab - stabilita (šířka), Te - teplota, Ti - Cas, Vi - viskozita

* - odpovídá Stirring Number, resp. Final1 Visc; ** - 2w-ANOVA (P = 95 %)

Zkratky: Bdn - Breakdown, Fi - Final, Ho - Hold, Pe - Peak, Sbk - Setback, Stab - stabilita (šířka), Te - teplota, Ti - čas, Vi - viskozita

Tab. 4 Korelační analýza mezi ČP a znaky RVA zkoušek Stirring Number , Flour Water profile a Flour Water Profile				
		FEP	FWP	SN
Viskozitní body (mPa.s)	Pe1Vi	0,852	0,972	0,968
	Ho1Vi*	0,928	0,973	0,981
	Pe2Vi**	0,825	0,976	
	Fi2Vi	-0,128		
	Bdn1	0,190	0,670	-0,909
	Sbk1	0,465	0,958	
Teploty (°C)	Bdn2	0,860		
	PaTe	0,558	0,947	
	Ho1Te	-0,709	-0,762	
	Pe2Te	-0,732		
Časy (min)	Ho1Ti	0,708	0,762	
	Pe1Ti	0,881	0,945	0,977
	Stab Pe1Vi	-0,480	-0,889	

Korelace je...
síla lineárního vztahu
dvou proměnných
(kovariance normovaná
součinem jejich
směrodatných odchylek)

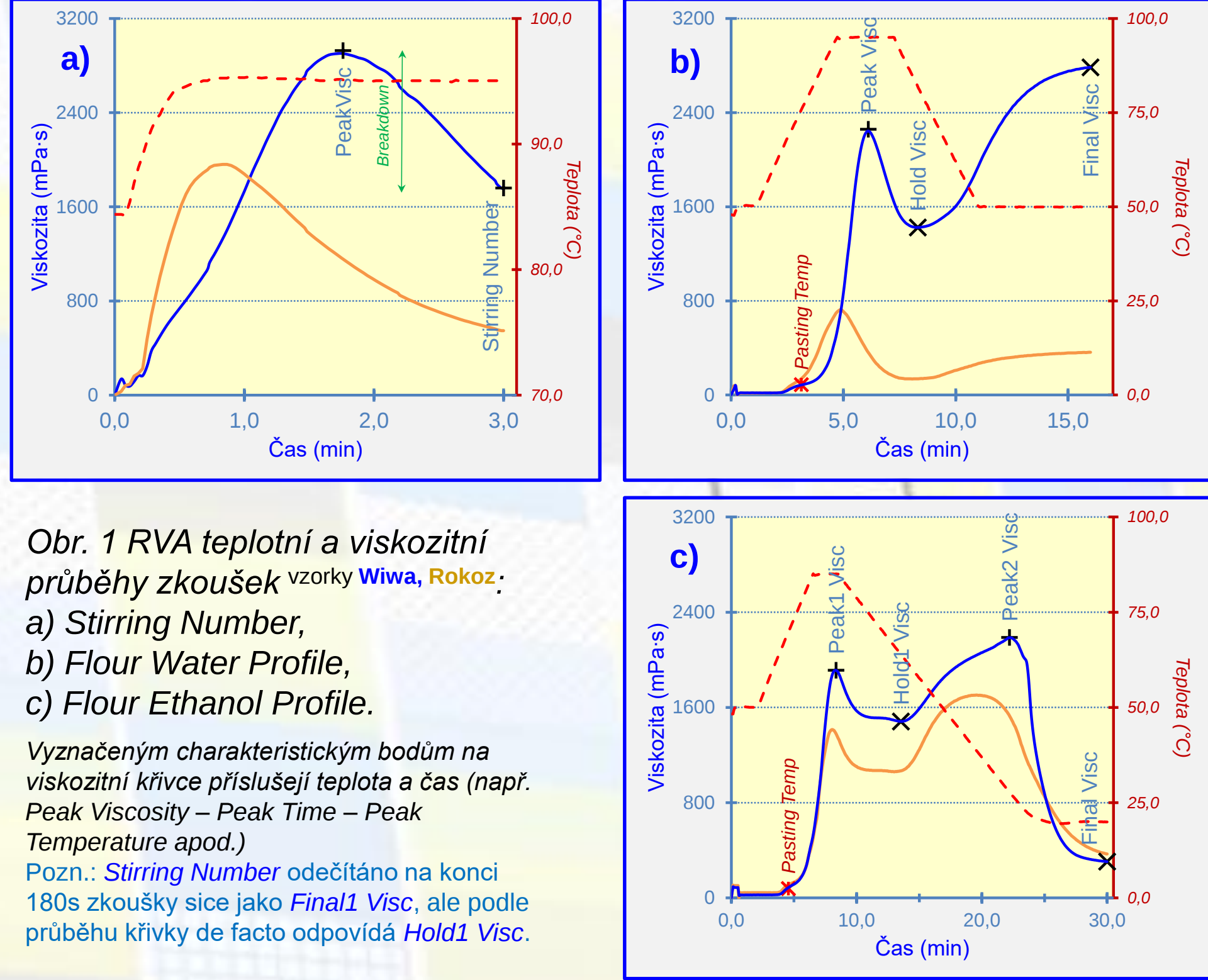
Pravděpodobnost P (%)	Kritický koeficient r_{krit}
95,0	0,468
99,0	0,590
99,9	0,708
99,99	0,789
99,9999	0,886
99,99999	0,916

$$\rho_{X,Y} = \frac{\text{cov}(X,Y)}{\sigma_X \sigma_Y}$$

1, ** - odpovídá parametru **Hold1 Visc**, resp. **Final1 Visc** z RVA zkoušek **Flour Water Profile**
Zkratky: **Bdn** - Breakdown, **Fi** - Final, **Ho** - Hold, **Pe** - Peak, **Sbk** - Setback, **Stab** - stabilita
(šířka piku), **Te** - teplota, **Ti** - čas, **Vi** - viskozita

* - odpovídá parametru **Hold1 Visc**, resp. **Final1 Visc** z RVA zkoušky **Flour Water Profile**

Zkratky: Bdn - Breakdown, Fi - Final, Ho - Hold, Pe - Peak, Sbk - Setback, Stab - stabilita (šířka piku), Te - teplota, Ti - čas, Vi - viskozita

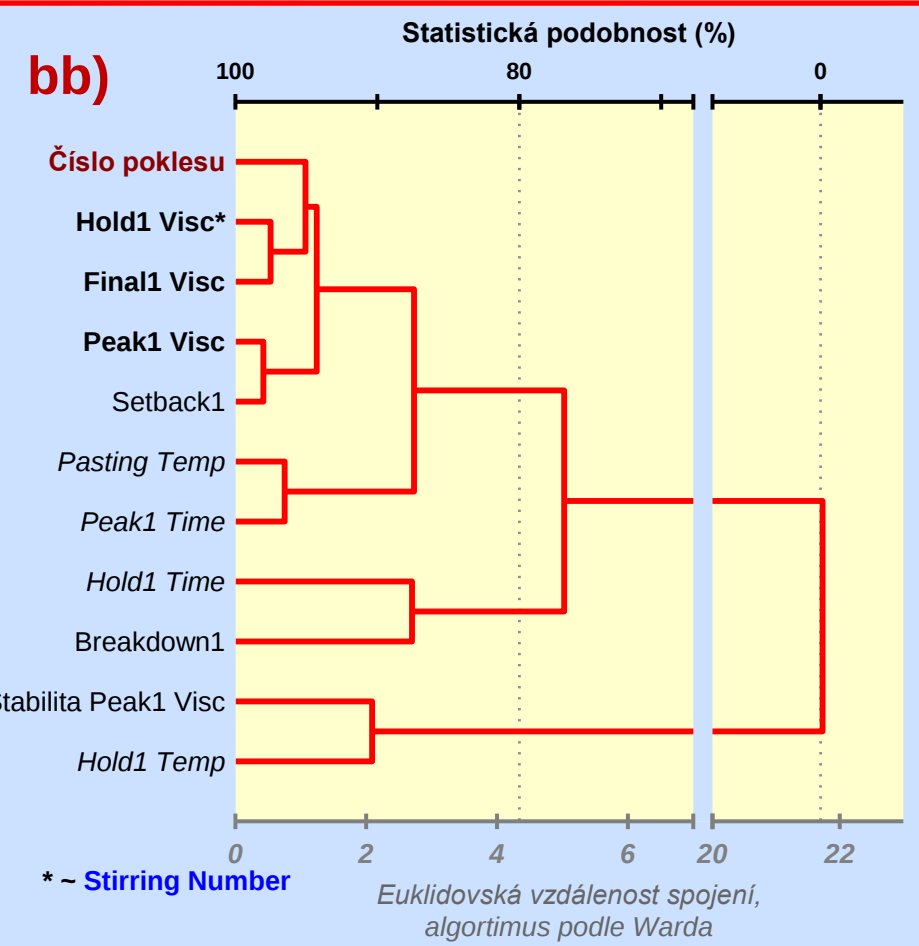
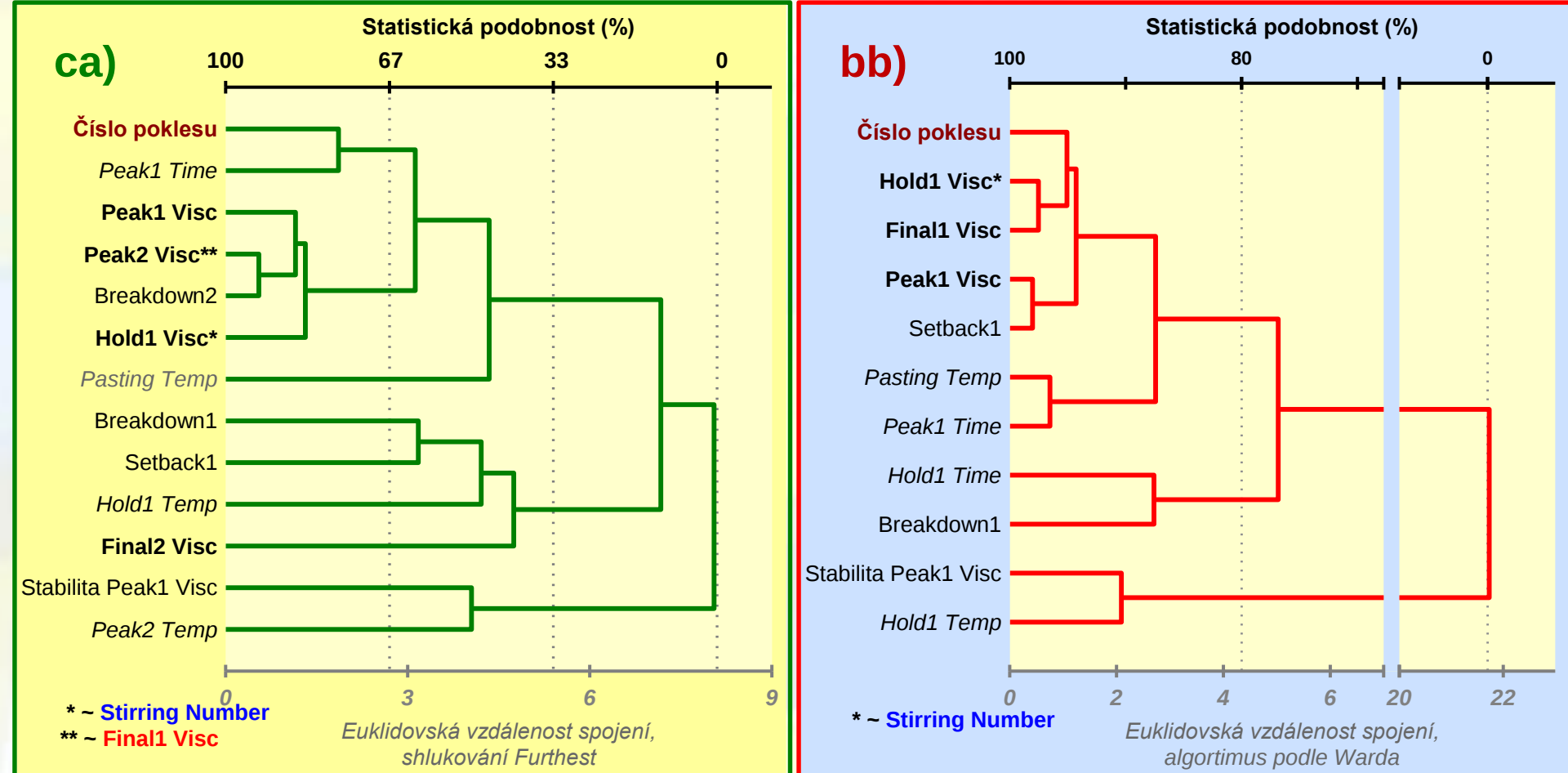
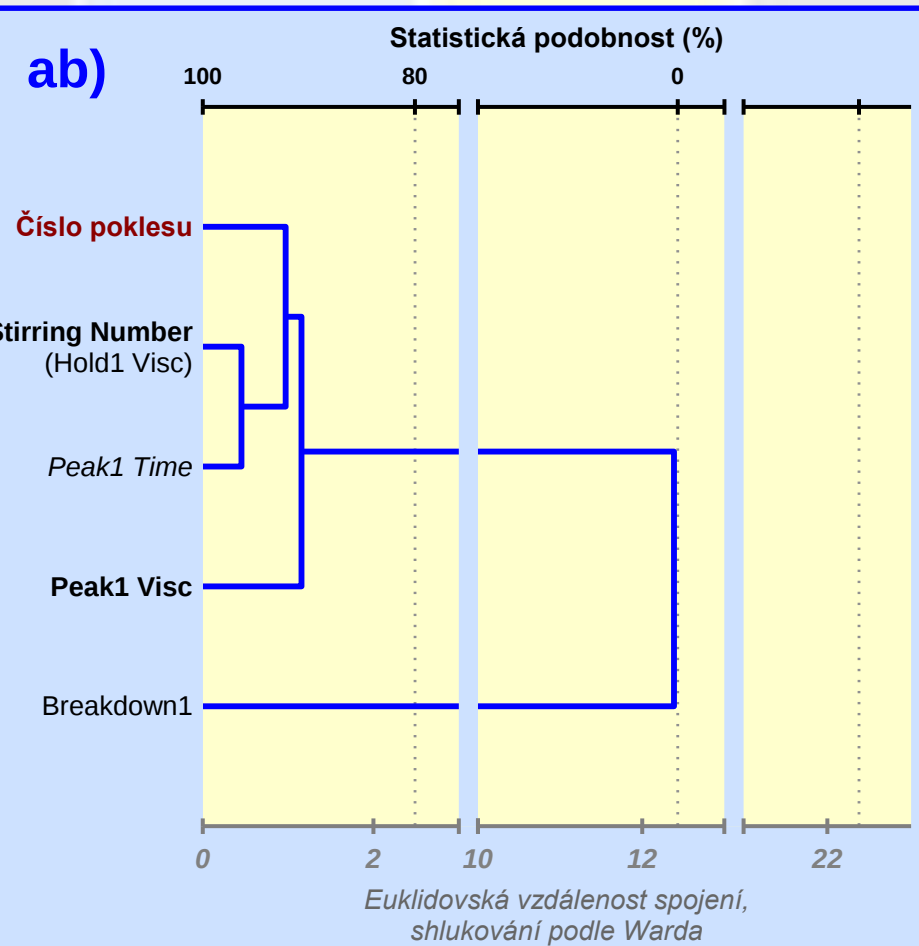
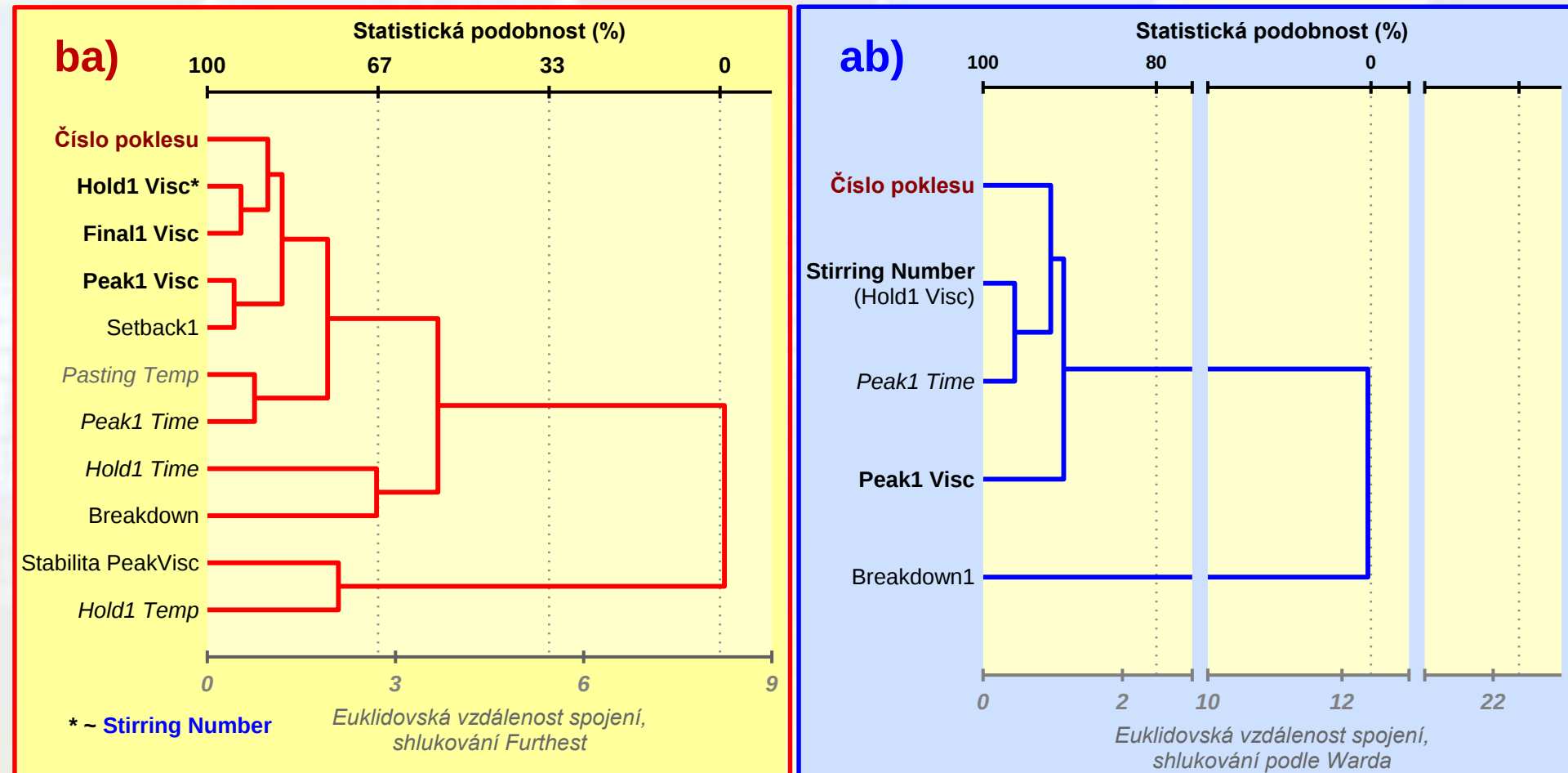
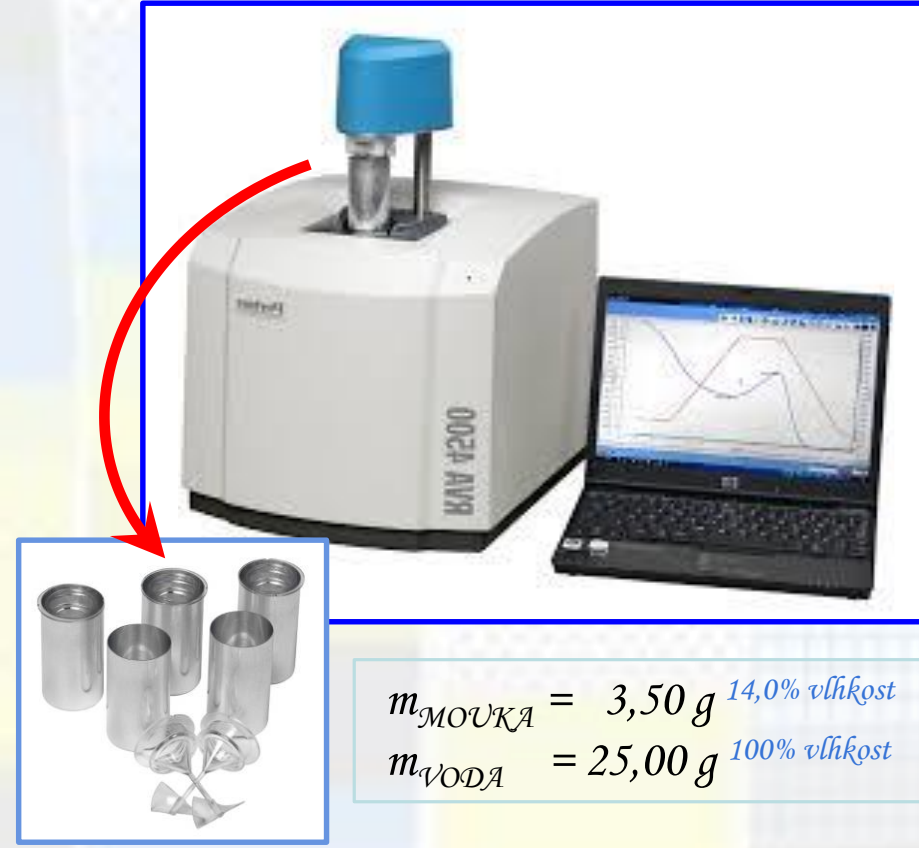
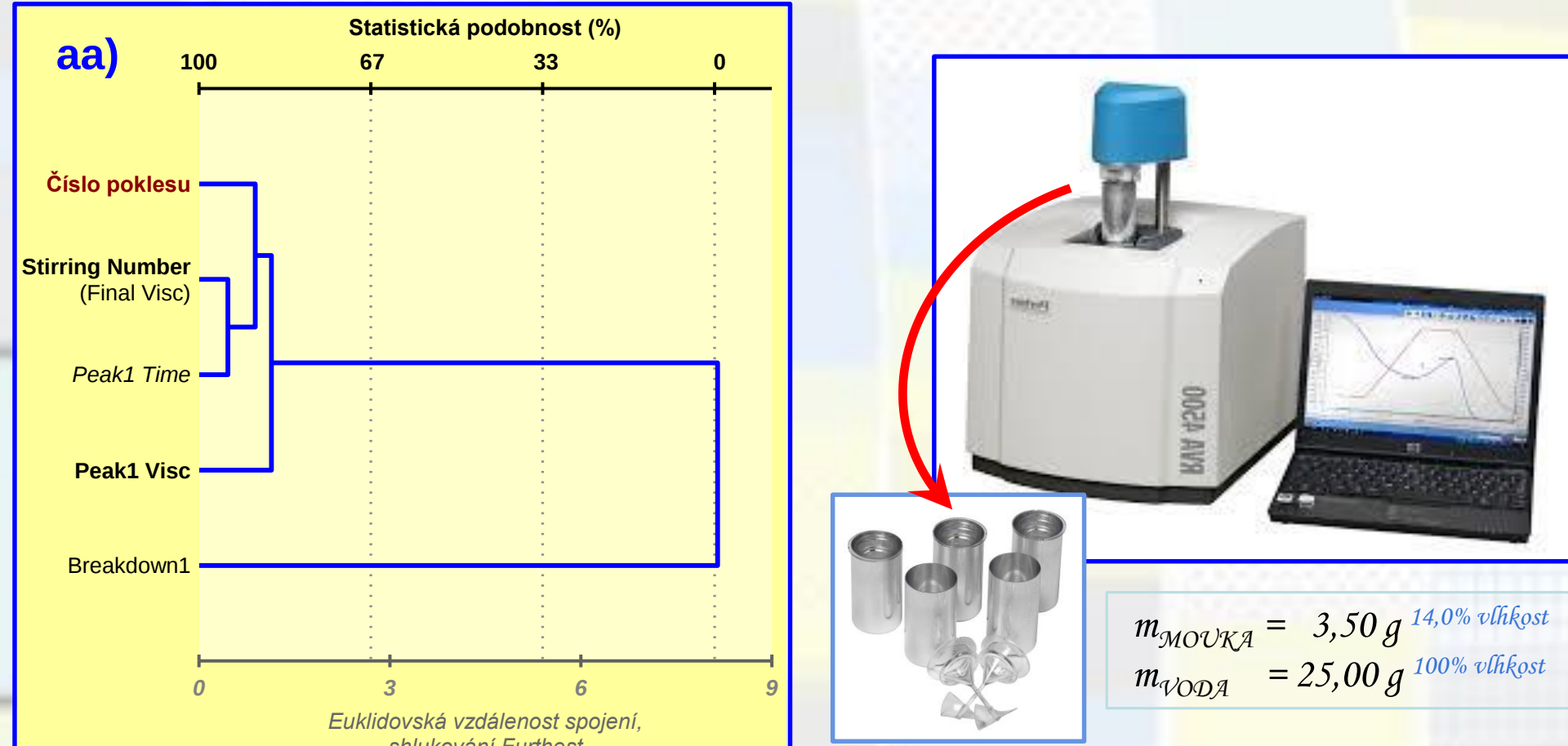


Obr. 1 RVA teplotní a viskozitní průběhy zkoušek vzorky **Wiwa**, **Rokoz**:

a) **Stirring Number**,
b) **Flour Water Profile**,
c) **Flour Ethanol Profile**.

Vyznačeným charakteristickým bodům na viskozitní křivce přísluší teplota a čas (např. Peak Viscosity – Peak Time – Peak Temperature apod.).

Pozn.: **Stirring Number** odečítáno na konci 180s zkoušky sice jako **Final1 Visc**, ale podle průběhu křivky de facto odpovídá **Hold1 Visc**.



Obr. 2 Shluková analýza – dendrogramy podle algoritmů *Furthest* a *Wardova* na základě *Euklidovské* (lineární) vzdálenosti: aa) + ab) **Stirring Number**, ba) + bb) **Flour Water Profile**, ca) + cb) **Flour Ethanol Profile**